

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

[rejection]  
[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

(11)Publication number: 2001-019466  
(43)Date of publication of application: 23.01.2001

(51)Int.Cl.  
C03C 3/091  
C03C 3/093  
C03C 3/095  
G11B 5/73

(21)Application number: 11-192127  
(71)Applicant: HITACHI LTD  
NIPPON ELECTRIC GLASS CO LTD

(22)Date of filing: 06.07.1999  
(72)Inventor: YAMAMOTO HIROTAKA  
NAMEKAWA TAKASHI  
NATTO TAKASHI  
KATO AKIRA  
TAKEO NORIYUKI  
KOSAKABE HIROYUKI  
KOBAYASHI MASAHIRO

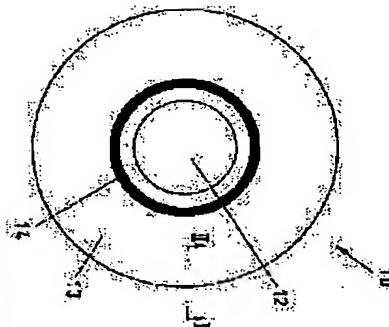
## (14) GLASS SUBSTRATE FOR MAGNETIC DISK

## (57)Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a glass substrate for a

magnetic disk, which has high recording density and high reliability.

SOLUTION: This glass substrate has an information recording surface 13 for recording information on the substrate surface and substantially no chemically strengthened layer, wherein the surface roughness  $Ra$  (defined in JIS B 0601) of the information recording surface is  $\leq 0.1$  nm; water resistance of the glass, measured as described in JIS R 3502, is  $\leq 0.2$  mg (expressed in terms of amount of alkali-eluted matter); and the linear expansion coefficient of the glass at  $30\text{--}380^\circ\text{C}$  is  $80 \times 10^{-7}$  to  $100 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ .



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]  
(Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration)[Date of final disposal for application]  
[Patent number][Date of registration]  
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]



が、アルカリ溶出量で0.2m以下、30~380°Cにおけるガラスの熱膨張係数が6.0~100×10<sup>-7</sup>%/°Cであることを特徴とする。本発明の磁気ディスク用ガラス基板において、記録面の面相さR<sub>d</sub>は、2.0nm以下に制限される。これは、記録密度を上げるために磁気ヘッドの浮上量を低減してガラスの記録面により近付ける必要があるが、記録面の面相さR<sub>d</sub>が2.0nmを超える不十分な平滑度では、低浮上が期待できいためである。

[0009] JIS-R3502で測定されるアルカリ溶出量は、0.2m以下に制限される。これは、ガラスの耐水性が磁気ディスクの耐候性と密接に関係してお

り、ガラスの耐水性が低くなる(=アルカリ溶出量が多くなる)と磁気ディスクの耐候性も低下する。具体的には、JIS-R3502で測定されるアルカリ溶出量が0.2mgを超えると、十分な耐候性を有する磁気ディスクが得られない。より安定した磁気ディスク用ガラスとしては、0.1m以下であることが好ましい。

[0010] ガラスの熱膨張係数は、30~380°Cにおいて、6.0~100×10<sup>-7</sup>/°C、より詳しくは7.0~9.0×10<sup>-7</sup>/°Cに規定される。磁気ディスク用ガラス基板の熱膨張係数が上記範囲から外れると、スピンドルやチャックのそれと大きく異なるため、ディスク回転やヘッドの運動、気温の変化などによる繰り返し温度変化によってスピンドルとの固定がはずれ、記録の読みができなくなる。

[0011] 本発明の基板は、表面部に実質的に化学強化層が形成されていないことを特徴とする。化学強化層が形成されていると、耐候性が低下してしまう。また微小衝撃によるクラックの発生率が高くなるという問題も生じる。また本発明の基板は、加工による微小傷を防ぐために、その内外側の端面や面取り面が、丸鋸、弾丸、弾薬、バッファード弾頭等でエッチング処理されていることが好ましい。この処理がなされると、化学強化しなくとも、化学強化ガラス基板と同程度の曲げ強度を得ることができる。特にガラス成分として希土類酸化物を含有したガラスに対してエッチングを行うと、非常に高い強度を得ることができる。

[0012] 上記特性を満足し得る磁気ディスク用基板は、例えば重量百分率でSiO<sub>2</sub>:5.0~7.0%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:5~20%、BaO<sub>3</sub>:6~20%、ZnO:0~1.0%、ZrO<sub>2</sub>:0~5%、R<sub>2</sub>O:7.5~20% (Rはアルカリ金属元素を表す)、Ln<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:0~10% (LnはGd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、又はしりを表す)の組成を有するガラスから作製することができる。この組成を有するガラスは、上記特性に加え、ピッカース硬度、曲げ強度等の機械的強度が高く、ソーダライムガラスのように表面部に化学強化層を形成する必要がない。以下に、ガラスの組成範囲を

6

におけるで示すことが好ましいが、5%を超えるとガラス中に内部応力が発生してクラック発生率が高くなり、10%を超えると強度が高くなったりガラスの透過性が増加し、安定したガラスの溶出量が得なくなる。

[0018] またR<sub>2</sub>Oを個別にみたとき、各成分の好みの組成である。Si<sub>1</sub>O<sub>4</sub>が6.5%を超えると熱膨張係数が小さくなる傾向が強くなり、7.0%を超えると強度が非常に高くなっている。しかし、5.5%より少なくなると磁気ディスク用ガラス基板として実用上求められる強度が得にくくなる傾向があり、5.0%未満ではアルカリ成分などに対する熱膨張係数の溶出量が増え、耐候性が大きくなり溶出量が得られる。さらにピッカース硬度や曲げ強度が著しく低下する。

[0019] A<sub>1</sub>zO<sub>3</sub>はガラスの耐久性を向上させ、またガラスの失透を抑えるのに有効な成分である。上記効果を得るためにA<sub>1</sub>zO<sub>3</sub>を5%以上含有させる必要があり、また8%以上含有させるとガラスのクラック発生の抑制に効果である。一方、A<sub>1</sub>zO<sub>3</sub>が1.7%を超えるとSi<sub>1</sub>O<sub>4</sub>の場合と同様、熱膨張係数が小さくなる傾向があり、2.0%を超えるとガラスの粘度が高くなり溶出量が困難になる。

[0020] Ba<sub>2</sub>O<sub>3</sub>はガラスの粘度を小さくして溶融を促進する。また適量の添加は耐候性の向上に効果がある。上記効果を得るためにBa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を6.0%以上含有させる必要がある。しかし1.5%を超えて含有させるとガラスの熱膨張係数が小さくなりやすくなり、化学的に不安定になりやすい。2.0%を超えるとさらに耐候性が後退するとともに溶融時の蒸発が多くなり、均質性の高いガラスが得られなくなる。

[0021] Ln<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の場合と同様、熱膨張係数が小さくなるとガラスの粘度が高くなり溶出量が得られなくなる。またNa<sub>2</sub>Oが4%未満では高粘度であるとNa<sub>2</sub>Oの溶出量が多くなり易く、0.6%を超えるとLi<sub>2</sub>Oの溶出量が多くなり易い。

[0022] 本発明の実験の形態】次に、本発明の実験の形態について説明する。表1~4は、本発明の実験例(試料No.1~20)を示している。なお比較のために、未強化のソーダライムガラス基板、從来から磁気ディスク用ガラス基板として使用されているソーダライムガラス基板を強化したガラス基板、及び結晶化ガラス製ガラス基板を表5に示す。

3

4

5

6

7

8

9

10

11

12

13

14

15

16

17

18

19

20

る。

[0018] またR<sub>2</sub>Oを個別にみたとき、各成分の好みの組成である。Si<sub>1</sub>O<sub>4</sub>が6.5%を超えると熱膨張係数が小さくなる傾向が強くなり、7.0%を超えると強度が非常に高くなっている。しかし、5.5%より少なくなると磁気ディスク用ガラス基板として実用上求められる強度が得にくくなる。この場合、Ln<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の含有量が1~5重量%の範囲にあると効果的である。その他にも、例えばA<sub>1</sub>zO<sub>3</sub>、Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、F、Cl、等の滑滑剤を1%まで、またLn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を含有した基板をエッチング処理することによって、非常に高いディスク強度を得ることが可能となる。一方、5.5%より少なくなると磁気ディスク用ガラス基板として実用上求められる強度が得にくくなる傾向があり、5.0%未満ではアルカリ成分などに対する熱膨張係数の溶出量が増え、耐候性が大きくなり溶出量が得られる。さらにピッカース硬度や曲げ強度が著しく低下する。

[0019] A<sub>1</sub>zO<sub>3</sub>はガラスの耐久性を向上させ、またガラスの失透を抑えるのに有効な成分である。上記効果を得るためににはA<sub>1</sub>zO<sub>3</sub>を5%以上含有させる必要がある。しかし1.5%を超えて含有させるとガラスの熱膨張係数が小さくなりやすくなり、均質性の高いガラスが得られなくなる。

[0020] Ba<sub>2</sub>O<sub>3</sub>はガラスの粘度を小さくして溶融を促進する。また適量の添加は耐候性の向上に効果がある。上記効果を得るためににはBa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を6.0%以上含有させる必要がある。しかし1.5%を超えて含有させるとガラスの熱膨張係数が小さくなりやすくなり、化学的に不安定になりやすい。2.0%を超えるとさらに耐候性が後退するとともに溶融時の蒸発が多くなり、均質性の高いガラスが得られなくなる。

[0021] Ln<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の場合と同様、熱膨張係数が小さくなるとガラスの粘度が高くなり溶出量が得られなくなる。

[0022] 本発明の実験の形態】次に、本発明の実験の形態について説明する。表1~4は、本発明の実験例(試料No.1~20)を示している。なお比較のために、未強化のソーダライムガラス基板、從来から磁気ディスク用ガラス基板として使用されているソーダライムガラス基板を強化したガラス基板、及び結晶化ガラス製ガラス基板を表5に示す。

1

2

3

4

5

6

7

8

9

10

11

12

13

14

15

16

17

18

19

20

21

22

23

24

25

26

27

28

29

30

31

32

33

34

35

36

37

38

39

40

41

42

43

44

45

46

47

48

49

50

51

52

53

54

55

56

57

58

59

60

61

62

63

64

65

66

67

68

69

70

71

72

73

74

75

76

77

78

79

80

81

82

83

84

85

86

87

88

89

90

91

92

93

94

95

96

97

98

99

100

101

102

103

104

105

106

107

108

109

110

111

112

113

114

115

116

117

118

119

120

121

122

123

124

125

126

127

128

129

130

131

132

133

134

135

136

137

138

139

140

141

142

143

144

145

146

147

148

149

150

151

152

153

154

155

156

157

158

159

160

161

162

163

164

165

166

167

168

169

170

171

172

173

174

175

176

177

178

179

180

181

182

183

184

185

186

187

188

189

190

191

試料No.	6	7	8	9	10	試料No.	11	12	13	14	15
SiO <sub>2</sub>	59.9	56.2	56.1	63.9	66.9	SiO <sub>2</sub>	65.9	61.6	65.1	60.1	64.9
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12.8	12.1	11.9	8.5	8.5	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8.3	8.6	16.2	11.9	8.5
CaO	10.4	10.1	9.9	10.4	10.4	CaO	10.1	10.4	8.1	9.9	10.4
ZnO	2.1	2.0	2.0	2.1	2.1	ZnO	2.0	2.1	3.0	2.0	2.1
Li <sub>2</sub> O	3.2	4.1	4.0	4.2	4.2	Li <sub>2</sub> O	4.1	1.0	2.5	—	1.2
Na <sub>2</sub> O	6.6	7.4	6.3	7.6	8.6	Na <sub>2</sub> O	6.4	8.4	13.0	5.3	8.6
K <sub>2</sub> O	5.0	4.9	4.8	3.0	—	K <sub>2</sub> O	—	9.7	2.0	4.8	1.0
Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	2.9	—	—	—	Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	4.8	3.0
Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.3	0.9	0.2	0.3	0.3	Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.9	—	—	2.0	—
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /MnO	0.485	0.554	0.635	0.553	0.488	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /MnO	—	—	—	2.0	—
面粗さR <sub>a</sub> [nm]	0.658	0.609	0.902	0.654	0.722	面粗さR <sub>a</sub> [nm]	0.681	0.327	1.216	0.848	0.778
アルカリ溶出量 [mg]	0.04	0.05	0.11	0.08	0.05	アルカリ溶出量 [mg]	0.17	0.18	0.16	0.15	0.17
純度測定 [10 <sup>-3</sup> /%]	80.1	84.8	84.4	82.5	78.8	純度測定 [10 <sup>-3</sup> /%]	68.0	85.6	86.4	80.5	78.6
ピクカース硬度	69.8	71.6	71.0	69.2	68.7	ピクカース硬度	70.0	70.2	71.2	71.0	69.8
クラック発生率[%]	3.0	3.0	3.0	4.0	4.0	クラック発生率[%]	4.0	4.0	3.0	3.0	4.0
曲げ強度 [kgf]	190	200	214	195	199	曲げ強度 [kgf]	198	189	210	202	211
未処理 エクステンジ強度	4.9	7.8	7.2	6.1	4.9	未処理 エクステンジ強度	6.2	4.1	6.1	6.5	7.2
ダイスクリ出量 [kgf/l]	0.24	0.20	0.62	0.38	0.32	ダイスクリ出量 [kgf/l]	0.50	0.58	0.44	0.59	0.58
強度性質試験	◎	◎	○	◎	◎	強度性質試験	○	○	○	○	○
円錐強度 未処理	4.9	6.2	6.6	6.4	5.9	円錐強度 未処理	5.7	4.8	6.3	6.0	6.2
エクステンジ強度	12.0	17.8	17.7	10.6	30.2	エクステンジ強度	16.4	11.2	12.5	18.0	17.4

[0023]

[表3]

試料No.	11	12	13	14	15
アルカリ溶出量 [mg]	0.17	0.18	0.16	0.15	0.17
純度測定 [10 <sup>-3</sup> /%]	68.0	85.6	86.4	80.5	78.6
ピクカース硬度	70.0	70.2	71.2	71.0	69.8
クラック発生率[%]	4.0	4.0	3.0	3.0	4.0
曲げ強度 [kgf]	198	189	210	202	211
未処理 エクステンジ強度	6.2	4.1	6.1	6.5	7.2
ダイスクリ出量 [kgf/l]	0.50	0.58	0.44	0.59	0.58
強度性質試験	○	○	○	○	○
円錐強度 未処理	5.7	4.8	6.3	6.0	6.2
エクステンジ強度	16.4	11.2	12.5	18.0	17.4

[表4]

[0024]



のガラス基板のソーダライムガラス性試験での溶出量は、ソーダライムガラスのそれより3割以上少なく、また、ソーダライムガラスを化学強化すると、未強化のガラスよりもガラス性が悪化することが確かめられた。また、ディスク耐水性が悪化することが確かめられた。

結晶化ガラスのディスクもしイオンの溶出が多く、1.52mg/1のアルカリ溶出量となつた。

100361次に、JIS-R3502で評価される耐水性と磁気ディスク用ガラス基板の耐候性との関係を調べるため、これらガラス基板の圧縮強度試験を行つた。

試験条件は、60°C、9.0%RH、48時間とした。結果には、ガラス表面に、明らかな析出物が確認されるものを“X”、未強化ではほとんど変化していないものを“O”、既強化下における粗粒度も全く変化していないものを“◎”で表した。この結果、ソーダライムガラスは、化学強化、未強化ともに粒状の結晶が折出し、常に化学強化基板の折出量が多く“X”となつた。この成分を分析したところ、Ca、Na、K等、耐水性試験で溶出するガラス成分が主であり、ディスク溶出試験で溶出した成分と一致した。本発明の磁気ディスク用ガラス基板の表面は、ほとんど変化がなく、“O”や“◎”であつた。さらに詳細みてみると、試料No. 4~7、9、10、18、及び20では、JIS-R3502で測定されるアルカリ溶出量が0.1mg以下となり、このとき圧縮強度試験において◎であった。一方、試料No. 1~3、8、11~17、及び19ではアルカリ溶出量が0.1mg超0.2mg以下となり、このとき圧縮強度試験では○であった。

100371のことから、磁気ディスクとしての耐候性は、JIS-R3502によるアルカリ溶出量と密接な関係があり、高い耐候性を得るために、JIS-R3502によって測定されるアルカリ溶出量の値が0.2mg以下、より詳しくは0.1mg以下であることが必要と判断される。さらにこの関係をアルカリ成分比に着目して検討した。ガラスの溶出元素を調べてみると、Li<sub>2</sub>O量が比較的多いガラスではしげ、またNa<sub>2</sub>Oが比較的多いガラスではNa<sub>2</sub>Oが粗粒に溶出していることが分かつた。そこで各ガラスのLi<sub>2</sub>O/Na<sub>2</sub>O質量比を見てみると、アルカリ溶出量が0.1mg以下であり、圧縮強度試験が◎である試料No. 4~7、9、10、18、及び20では、この比が0.4~0.6を越えていた。なおLi<sub>2</sub>O/Na<sub>2</sub>O比が0.4~0.6であれば、アルカリ溶出量が少なく、非常に高い化学的耐久性が得られることが分かつた。検熱50

各試料では7~9mgであり、化学強化したソーダライムガラス並の高い値を示した。

100391微小衝撃によるクラック発生率を見ると、ソーダライムガラスでは未強化品、強化品とも全般的に圧縮頂点からクラックが発生していた。強化品ではクラックの長さは短くなっていたものの、圧縮頂点以外からも無数の短いクラックが発生しており、圧痕が打ち込まれた箇所でガラスが細かく破壊していた。結晶化ガラス基板の発合も同様に、全ての圧縮頂点からクラックが発生した。一方、本実験例のガラス基板では、クラック発生率が1.0~8.0%であり、特にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>含有量が8%以上の場合はクラック発生率が5.0%以下となつてお

り、非常に優れた耐クラック性を有することが分かった。クラック発生率の高いガラスを用いて磁気ディスクを作製した場合、何らかの理由によりヘッドがディスク表面に衝突した際、表面の微小部分でチップリングが生じる可能性がある。ヘッド衝撃試験により、500g-1.5秒間のビンガース圧子印加条件でクラック発生率が5.0%以下であれば、このようなチップリングを起こすことがないことが分かつた。このことから、クラック発生率は5.0%以下であることが望ましい。

100401本実験例の各試料の三点曲げ強度は、エッチング処理をしない試料が1.65~2.14MPaであり、磁気ディスク用として現在大量に使用されているアルミニウム基板の降伏点が約1.00MPaであることを示した。磁気ディスク用ガラス基板の曲げ強度は、十分に高いと考えられる。またエッチング処理を施した各試料は、曲げ強度が4.1MPa以上であり、化学強化ガラスと同等以上の値を示した。それゆえ、ガラス基板の内外層の端面や面取り面をエッチング処理することにより、化学強化ガラス基板並の高い強度を有し、その点である記録面のアルカリ溶出や微小衝撃によるクラックの発生を大幅に改善することができる。

100411またGd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等の希土類強化物を含有した試料No. 3、4、7、8、11、及び14

~20のガラスでは、エッチング処理することにより6.3MPa以上という非常に高い三点曲げ強度が得られた。これは強化したソーダライムガラスの三点曲げ強度(5.06MPa)よりも高い値であった。次に2.5"ディスク基板形状での強度を以下の方法により評価した。

2.5"基板の内周部の上部に、外径2.2mm

の円環の基板の下部に設置した後、円環に荷重をかけて、圧縮強度を測定した。この強度を円環強度と称する。この試験法により、エッチング有無の双方の場合についての基板の強度を評価した。さらに希土類を含有した基板では、強度上昇の度合いが大きく、1.5kgf以上的荷重が得られた。以上のことから、基板をエッチングすることにより、高い機械的強度が得られた。また希土類を含有させることにより、さらに良好な強度特性が得られることが分かつた。

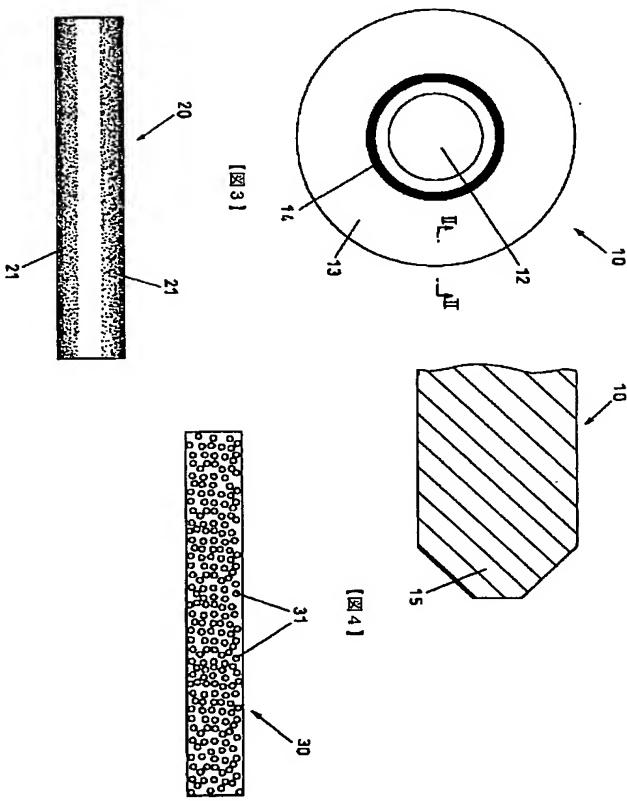
100431【発明の効果】本発明の磁気ディスク用ガラス基板は、

[図1]

[図2]

[図3]

[図4]



の円環の基板の下部に設置した後、円環に荷重をかけて、圧縮強度を測定した。この強度を円環強度と称する。この試験法により、エッチング有無の双方の場合についての基板の強度を評価した。さらに希土類を含有した基板では、強度上昇の度合いが大きく、1.5kgf以上の荷重が得られた。以上のことから、基板をエッチングすることにより、高い機械的強度が得られた。また希土類を含有させることにより、さらに良好な強度特性が得られることが分かつた。

【図1】磁気ディスク用ガラス基板の平面図。  
【図2】磁気ディスク用ガラス基板の内周及び外周面の断面模式図。  
【図3】化学強化ガラスの断面模式図。  
【図4】磁気ディスク用ガラス基板の平面模式図。

【図1】磁気ディスク用ガラス基板の平面図。  
【図2】磁気ディスク用ガラス基板の内周及び外周面の断面模式図。  
【図3】化学強化ガラスの断面模式図。  
【図4】磁気ディスク用ガラス基板の平面模式図。

【図1】磁気ディスク用ガラス基板の平面図。  
【図2】磁気ディスク用ガラス基板の内周及び外周面の断面模式図。  
【図3】化学強化ガラスの断面模式図。  
【図4】磁気ディスク用ガラス基板の平面模式図。

フロントページの続き

(72)発明者 滝川 孝

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株

式会社日立製作所日立研究所

れぞれ著者であった。  
100381以上のことから、Li<sub>2</sub>O/Na<sub>2</sub>O比が0.4~0.6であれば、アルカリ溶出量が少なく、非常に高い化学的耐久性が得られることが分かつた。検熱50

(72)発明者 加藤 章

神奈川県小田原市国府津2880番地

株式会

社

日立製作所ス

トレーシステム事業部

内

(72)発明者 武尾 純幸

神奈川県小田原市国府津2880番地

株式会

社

日立製作所ス

トレーシステム事業部

内

(72)発明者 香舎 我郎 谷幸

滋賀県大津市晴風2丁目7番1号

日本電

気船子株式会社内

(72)発明者 小林 正安

滋賀県大津市晴風2丁目7番1号

日本電

気船子株式会社内

Fターム(参考)	4C062 AA18 BB01 BB05 DA06 DB03
DB04 DC03 DC04 DD01 DE01	DE02 DE03 DP01 EA03 EB03
EB04 EC01 EC02 EC03 EC04	ED01 EE01 EP01 EG01 FA01
FA10 FE01 FC01 PC02 FC03	FD01 FF01 FP01 FG01 FH01
FI01 FR01 FL01 GA01 GA10	GB01 GC01 GD01 GE01 HH01
HH03 HH05 HH07 HH09 HH11	HH13 HH15 HH17 HH20 JJ01
JJ03 JJ05 JJ07 JJ10 KK01	KK03 KK04 KK05 KK06 KK07
KK08 KK10 MM27 NN30 NN33	NN34
5D006 CB04 CB07 DA03 FA02	